

REPUBLIQUE FRANÇAISE

MINISTÈRE DE L'INDUSTRIE

SERVICE

de la PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

# BREVET D'INVENTION

P.V. n° 788.808

Classification internationale



N° 1.218.766

C 08 b

## Procédé de préparation d'éthers cellulosiques.

Société dite : WOLFF & C° KOMMANDITGESELLSCHAFT AUF AKTIEN résidant en Allemagne.

Demandé le 9 mars 1959; à 16<sup>h</sup> 11<sup>m</sup>, à Paris.

Délivré le 21 décembre 1959. — Publié le 12 mai 1960.

Dans tous les procédés connus pour la préparation d'éthers cellulosiques à partir de cellulose à l'aide d'agents d'alcoylation liquides ou gazeux, comme par exemple le chlorure de méthyle, l'oxyde d'éthylène ou le chlorure d'éthyle, on mercerise d'abord la cellulose avec un excès de lessive alcaline, de préférence de la lessive de soude caustique, dans une presse d'immersion et, après avoir exprimé à la presse l'alcali-cellulose jusqu'à 2,6 à 3 fois son poids de cellulose, on la soumet à l'alcoylation soit à l'état laineux désagré, soit à l'état de rouleaux solidement bobinés. L'éthérification elle-même s'effectue alors dans des conditions très diverses. Par exemple, on élimine partiellement ou même totalement l'eau de la lessive de soude caustique, ou bien on juge convenable une teneur en eau déterminée. Dans certains procédés usuels, on effectue la méthylation sous une pression de chlorure de méthyle d'environ 5 à 7 atmosphères effectives, mais il y en a d'autres dans lesquels on opère sous des pressions de 15 à 20 atmosphères relatives de chlorure de méthyle, à 60-80°, c'est-à-dire avec du chlorure de méthyle liquide.

Des expériences approfondies ont alors montré que l'éthérification de la cellulose avec des agents d'alcoylation gazeux ou liquides était notablement simplifiée si, d'une part, on utilisait de la cellulose broyée pour la mercerisation dans le même récipient réactionnel que l'éthérification. Se fondant sur cette constatation, pour préparer des éthers cellulosiques à partir de cellulose, de lessive alcaline et d'agents d'alcoylation liquides ou gazeux, on procède dans la présente invention de la façon suivante : on broie d'abord la cellulose de façon poussée, de préférence on la réduit presque en poudre, puis on la mercerise dans le même récipient réactionnel en agitant et en envoyant de la lessive alcaline et ensuite on l'alcoyle.

On parvient ainsi, d'une part, à maintenir

la quantité d'eau dans des limites admissibles sans trop inhiber la réaction d'éthérification et, d'autre part, à supprimer l'opération spéciale de la préparation d'alcali-cellulose. En outre, il n'est pas nécessaire d'éliminer spécialement, avec l'alcoylation, l'eau apportée lors du mercerisage. Il n'est pas non plus nécessaire de séparer pendant la réaction, par exemple par passage du gaz dans un réfrigérant, les éthers et les alcools formés dans des réactions secondaires. De plus, on obtient comme avantage particulièrement important une considérable augmentation du rendement de l'agent d'alcoylation, cette augmentation tenant au fait que, dans les procédés connus d'éthérification de la cellulose, une bien plus grande partie de l'agent d'alcoylation, par exemple du chlorure de méthyle ou de l'oxyde d'éthylène, est saponifiée dans des réactions secondaires et ainsi perdue pour l'éthérification.

Dans le procédé de la présente invention, on pousse le broyage de la cellulose jusqu'à obtenir une longueur de fibre moyenne inférieure à 1 mm, de préférence allant de 50 à 150 microns. Dans la cellulose broyée on envoie de la lessive alcaline en une quantité dépendant de la masse de cellulose et en une concentration adaptée à l'éthérification, et l'on répartit régulièrement cette lessive dans la cellulose au moyen d'un dispositif d'agitation efficace. Dans des conditions opératoires par ailleurs identiques, le mélange de lessive et de cellulose est d'autant plus intime que la cellulose est plus finement broyée. L'éthérification avec l'agent d'alcoylation gazeux ou liquide s'effectue dans des conditions de température et de pression adaptées à cet agent. Lorsqu'on utilise une lessive alcaline très concentrée, il est recommandé de chauffer à une température d'environ 50 à 90° pour abaisser la viscosité et pour faciliter l'admission par buse de la lessive.

L'exemple suivant illustre la présente inven-